

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-052240

(43)Date of publication of application : 25.02.1997

(51)Int.Cl.

B29C 41/24

C08J 5/18

G02B 5/30

(21)Application number : 07-204390

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 10.08.1995

(72)Inventor : SUEZAKI MINORU
ABE TOMOHIRO**(54) PRODUCTION OF OPTICAL TRANSPARENT FILM****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a producing method for an optical transparent film which shows little unevenness of thickness and inhibits optical strain.

SOLUTION: In solution film casting in which a solution viscosity (η) at a liquid temperature at the time of drying is ≥ 10 poise, wind velocity V (m/sec) in the normal direction on the solution casting face in a dry drying process is regulated to a range shown in the formula. $0.34 \times \eta^{0.65} \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.65}$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.11.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 23.06.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-52240

(43)公開日 平成9年(1997)2月25日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 9 C 41/24		7310-4F	B 2 9 C 41/24	
C 0 8 J 5/18			C 0 8 J 5/18	
G 0 2 B 5/30			G 0 2 B 5/30	

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 5 頁)

(21)出願番号	特願平7-204390	(71)出願人	000002174 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
(22)出願日	平成7年(1995)8月10日	(72)発明者	末崎 稯 埼玉県蓮田市黒浜3535 積水化学工業株式 会社内
		(72)発明者	安部 智博 埼玉県蓮田市黒浜3535 積水化学工業株式 会社内

(54)【発明の名称】 光学用透明フィルムの製造方法

(57)【要約】

【課題】 厚さのバラツキが小さく、光学的歪みを抑えた光学用透明フィルムの製造方法を提供する。

【解決手段】 乾燥時の液温における溶液粘度 (η) が 10 poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速 V (m/秒) が下式に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法。

$$0.34 \times \eta^{0.65} \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.65}$$

【特許請求の範囲】

【請求項1】 乾燥時の液温における溶液粘度 (η) が 10poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速 V (m/秒) が下式に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法。

【化1】

【発明の詳細な説明】 $0.34 \times \eta^{0.65} \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.65}$

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光学用透明フィルムの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、液晶ディスプレイ等の画像表示装置に光学用プラスチックフィルムが汎用されるようになってきている。これらの例は枚挙に暇ないが、例えば、偏光板の保護フィルム等に用いられる低複屈折性の透明フィルム、防眩材料等に用いられる $1/4\lambda$ の位相差を有する複屈折性の透明フィルム、STN液晶を用いた液晶ディスプレイ等の複屈折による位相差を補償する位相差補償フィルム等があげられる。

【0003】 上記光学用プラスチックフィルムは、主として、Tダイ法等の熔融キャスト製膜法と、溶液キャスト製膜法によって製造されている。上記熔融キャスト製膜法は、例えば、特開昭52-147662号公報に記載されている如く、加熱熔融された熱可塑性樹脂を金型よりフィルム状に押出して支持体表面にキャスト（流延）して冷却し、製膜するものである。

【0004】 しかし、上記熔融キャスト製膜法によって得られるフィルムは、熔融残渣や異物等を核にして形成されるフィッシュアイによる透明性や平滑性等の外観品質が低劣であるだけでなく、厚さの精度も充分でなく、上記製膜装置の機械加工精度から限度があり、良質の光学用プラスチックフィルムを得ることができない。

【0005】 上記溶液キャスト製膜法は、例えば、特開平2-111511号公報に記載されている如く、プラスチックを適宜溶剤に溶解した溶液や重合性モノマー等を含む溶液を、コンマコーター、リップコーター、ドクターブレードコーター、バーコーター、ロールコーター等のコーターを用いて、ステンレススチールベルト、ステンレススチールドラム、離型性を有するプラスチックフィルム等の支持体表面にキャストし、加熱して溶剤を揮散しもしくは重合性モノマーを重合させた後、形成したフィルムを上記支持体から剥離して光学用プラスチックフィルムを得るものである。

【0006】 上記溶液キャスト製膜法は、キャストする溶液の固形分が100%でないため、前記する各種コーターの機械精度に起因する厚さのバラツキに固形分比率を乗じたものが乾燥後のフィルムの厚さのバラツキとなり、上記熔融キャスト製膜法に比して厚さのバラツキは

小さくなる。又、キャストする際の溶液の粘度は、熔融キャスト製膜法に比して低いので保留粒径の小さいフィルターによってゲル化した材料や異物を除去することが容易となり、透明性や平滑性等の外観品質も熔融キャスト製膜法に比して改善される。

【0007】 しかし、上記溶液キャスト製膜法において使用されるコーターの機械加工精度や使用するキャスト用溶液にもまして、キャストされた上記溶液の被膜を加熱乾燥する工程での加熱乾燥条件及びそのバラツキによって、得られる光学用プラスチックフィルムの厚さのバラツキやその他の光学的歪みを生じ、反射像や透過像を歪ませるといった光学用フィルムとしての欠陥を露呈するものであった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、叙上の事実に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、厚さのバラツキが小さく、光学的歪みを抑えた光学用透明フィルムの製造方法を提供するにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明は、乾燥時の液温における溶液粘度 (η) が 10poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速 V (m/秒) が下式(1)に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法をその要旨とするものである。

【0010】

【化2】

0.34 $\times \eta^{0.65} \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.65}$ 本発明は、光学用透明フィルムを構成する造膜材料としては、溶液キャストし得る溶剤があり、乾燥後に透明フィルムを形成し得る高分子であれば特に限定されるものではないが、例えば、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリアリレート、ポリサルホン、ポリエーテルサルホン、ポリフェニレンオキサイド等が挙げられる。上記高分子を溶解する溶剤は、各々の高分子を均一、且つ、好ましい速度で溶解する溶剤から適宜選択使用されるが、例えば、ポリカーボネートに対し塩化メチレン、ポリサルホンに対しアニソール、ポリスチレンに対しメチルエチルケトンやトルエン、ポリアリレートに対し塩化メチレン等が挙げられる。

【0012】 上記溶液キャスト製膜に使用されるキャスト用支持体としては、上記キャスト溶液に用いられる溶剤に侵されず、且つ、表面が平滑性に優れるものであれば特に限定されるものではないが、例えば、銅やステンレス鋼等の金属、ポリイミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等の熱変形性の低い合成樹脂、上記金属の表面にガラスやセラミックスを被覆したもの或いはこれらの支持体の表面をシリコン樹脂やフッ素樹脂等で離型処理したものが、ドラム、エンド

レスペルト、板、フィルム等の形態で使用される。

【0013】本発明の溶液キャスト製膜における塗膜の乾燥手段は、熱風乾燥手段を含むものであれば、特に限定されるものではない。上記熱風乾燥手段としては、例えば、支持体上の塗膜の法線方向に設置された複数対の熱風吹き出しノズルから前記キャスト溶液の粘度に応じて与えられる風速の範囲内で熱風を吹き出して乾燥するものであってもよく、又、上記塗膜面とその反対側の支持体面の両面から熱風を吹き出して乾燥するものであってもよい。更に、塗膜面に対して斜め方向の吹き出しノズルから熱風が吹き出されてもよい。又、上記支持体や搬送ロールの加熱による乾燥や赤外線等の輻射熱を補助乾燥手段として併用してもよい。

【0014】上記熱風乾燥手段における熱風のキャスト溶液塗膜面に対する法線方向の成分の風速 V (m/秒)が、乾燥時の上記キャスト溶液温度における溶液粘度が10poise以上である場合、その粘度 η (poise)に応じて前記式(1)に示した範囲内とすることによって、乾燥された塗膜の表面状態や厚さのパラツキを小さくし、光学的に歪みの小さいフィルムが得られるのである。これは、乾燥時の熱風により、塗布面に生じた塗工スジの如き膜厚のパラツキが解消し、結果的に塗布面のレベリングが促進されるためであると推定される。

【0015】上記熱風による塗膜表面の挙動としては、次のような関係が認められる。即ち、粘度が大きいと熱風の影響を受けにくくなり、塗膜表面の乱れが生じにくい。また、大きい風速で乾燥を行わなければレベリング効果を得にくい。一方、粘度が低くなるに従って、小さい風速によっても塗膜表面の乱れが生じ、レベリング効果も大きい。粘度が10poise未満であると、熱風による塗膜表面の乱れが大きくなり、レベリングの範囲を超えて逆に平滑な表面の塗膜を得ることができなくなる。又、上記粘度が10poise未満の塗膜と同様に、前記式(1)に示した範囲の上限を超える場合も、熱風による塗膜表面の乱れがレベリングの範囲を超えて大きくなり、大きい風速で攪乱された塗膜表面が光学的な歪みとして視認され、前記式(1)に示した範囲の下限未満になる場合には、レベリング効果は得られず、このような風速 V (m/秒)で乾燥された塗膜から得られるフィルムは、塗工スジがそのまま光学的な歪みとして視認され、これらのフィルムを一軸延伸処理を行っても上記光学的な歪みは是正されない。以上の事実に基づき、前記式(1)が案出されたのである。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、実施例を挙げて更に詳細に説明する。

(実施例1) ポリサルホン樹脂(テイジンアモコエンジニアリングプラスチック社製、商品名：ユーデルP-3500、ペレット状)をアニソール(みどり化学社製)に溶解し、十分に脱泡して濃度38重量%の塗工用ポリ

サルホン樹脂溶液を調製した。

【0017】コーターヘッドとしてコンマロールを用い、厚さ75 μ mのポリイミドフィルム(東レーデュボン社製、商品名：カプトン)をキャスト用支持体とし、コンマロールの中央部に厚さ25 μ m、幅5mmのポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムのリボン巻き付け、故意に塗工スジを発生するようにした塗布部を準備した。乾燥方式は、ロール搬送による熱風乾燥で、3つの乾燥ゾーンを有し、各ゾーンともキャスト面にその上方から熱風を吹き付けて乾燥する方式である。各ゾーンの熱風温度は、塗布部に近い方から順に、150℃、180℃、210℃に設定された。

【0018】上記コンマコーターに上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を5.5m/秒に設定して厚さ80 μ mのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の温度は130℃であり、この温度におけるキャスト溶液の粘度は59poiseであった。上記の如く、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボン巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、80 \pm 1 μ mであり、該部位以外の膜厚のパラツキとほぼ同等であった。

【0019】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、偏光軸が直交するように設置された2枚の偏光板の間に、2枚の偏光板の偏光軸と上記位相差補償フィルムの延伸軸が45°の角度をなすように挟み、前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0020】(実施例2) 実施例1と同様にして、ポリサルホン樹脂をアニソールに溶解し、十分に脱泡して濃度35重量%の塗工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0021】実施例1と同じコンマコーターに上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を4.3m/秒に設定して厚さ100 μ mのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の温度は130℃であり、この温度におけるキャスト溶液の粘度は20poiseであった。上記の如く、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボン巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、100 \pm 1 μ mであり、該部位以外の膜厚のパラツキとほぼ同等であった。

【0022】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.3倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィル

ムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0023】（実施例3）実施例1のアニソールに替えて、塩化メチレン（和光純薬社製）を用い、十分に脱泡した濃度23重量%の塗工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0024】実施例1のコーターヘッドをドクタープレートコーターに替え、キャスト用支持体をPETフィルム（帝人社製、商品名：テترونOX）に替え、更に、乾燥機における乾燥3ゾーンの温度を順に、40℃、70℃、100℃に設定し、実施例1と同様にして上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を6.0m/秒に設定して厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の温度は35℃であり、この温度におけるキャスト溶液の粘度は25poiseであった。上記の如く、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、80±1μmであり、該部位以外の膜厚のパラツキとほぼ同等であった。

【0025】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0026】（実施例4）実施例3と同様に塩化メチレンを用い、十分に脱泡した濃度33重量%の塗工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0027】実施例3のコーターヘッドをダイコーターに替え、実施例3と同様にして上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を15.0m/秒に設定して厚さ70μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の温度は35℃であり、この温度におけるキャスト溶液の粘度は255poiseであった。上記の如く、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、70±1μmであり、該部位以外の膜厚のパラツキとほぼ同等であった。

【0028】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0029】（実施例5）実施例1と同様にアニソール

を用い、十分に脱泡した濃度30重量%の塗工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0030】実施例1と同様にして上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を1.8m/秒に設定して厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の温度は130℃であり、この温度におけるキャスト溶液の粘度は10poiseであった。上記の如く、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、80±1μmであり、該部位以外の膜厚のパラツキとほぼ同等であった。

【0031】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.3倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0032】（比較例1）実施例1の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を5.5m/秒から2.8m/秒に変更したこと以外、実施例1と同様にして厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを作製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムの、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、75μmに低下しており、塗工スジが認められ、更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムを作製を実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したところ、光学的なムラとして明確に視認された。

【0033】（比較例2）実施例1の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を5.5m/秒から13.0m/秒に変更したこと以外、実施例1と同様にして厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを作製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムの、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、80±2μmであり、外観的には左程目立った塗工スジにはなっていないが、数字が示す如くパラツキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0034】（比較例3）実施例2の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を4.3m/秒から1.8m/秒に変更したこと以外、実施例2と同様にして厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを作製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムの、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボ

ンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $80 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、外観的には左程目立った塗工スジにはなっていないが、数字が示す如くバラツキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0035】（比較例4）実施例3の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を 6.0 m/sec から 2.2 m/sec に変更したこと以外、実施例3と同様にして厚さ $80 \mu\text{m}$ のポリサルホン樹脂フィルムを作製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムの、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $73 \mu\text{m}$ と薄く、塗工スジが認められ、更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルムの塗工スジが光学的なムラとして明確に視認された。

【0036】（比較例5）実施例3の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を 6.0 m/sec から 7.0 m/sec に変更したこと以外、実施例3と同様にして厚さ $80 \mu\text{m}$ のポリサルホン樹脂フィルムを作製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムの、故意に塗工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $80 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、外観的には左程目立った塗工スジにはなっていないが、数字が示す如くバラツキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に塗工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0037】上記実施例及び比較例の光学用透明フィルムの製造方法の各要因及び得られたポリサルホン樹脂フィルム及び位相差補償フィルムの上記性能を取り纏め、表1に示した。

【0038】

【表1】

		ポリサルホン樹脂塗工 溶液組成（溶媒 ／溶液濃度）	塗工溶液粘度（ η ） （poise）	$0.34 \times \eta^{0.85}$ の値	$0.8 \times \eta^{0.85}$ の値	法線方向の 風速（V） （m/sec）	塗膜厚さ （ μm ）	故意に作った塗工 スジが延伸後光学的 ムラとなったか否か
実 施 例	1	アニール / 38wt %	59	4.8	11.2	5.5	80 ± 1	光学的ムラなし
	2	アニール / 35wt %	20	2.4	5.6	4.3	100 ± 1	光学的ムラなし
	3	塩化メチル / 23wt %	25	2.7	6.4	6.0	80 ± 1	光学的ムラなし
	4	塩化メチル / 33wt %	255	12.6	29.6	15.0	70 ± 1	光学的ムラなし
	5	アニール / 30wt %	10	1.4	3.2	1.8	80 ± 1	光学的ムラなし
比 較 例	1	アニール / 38wt %	59	4.8	11.2	2.8	75 / 80	光学的ムラ大
	2	アニール / 38wt %	59	4.8	11.2	13.0	80 ± 2	光学的ムラあり
	3	アニール / 35wt %	20	2.4	5.6	1.8	80 ± 2	光学的ムラあり
	4	塩化メチル / 23wt %	25	2.7	6.4	2.2	73 / 80	光学的ムラ大
	5	塩化メチル / 23wt %	25	2.7	6.4	7.0	80 ± 2	光学的ムラあり

注) 塗膜厚さの欄に75 / 80、73 / 80とあるは、故意に作った塗工スジがその他の $80 \mu\text{m}$ に対し各々 $75 \mu\text{m}$ 及び $73 \mu\text{m}$ であったことを表す。

【0039】

【発明の効果】本発明の光学用透明フィルムの製造方法は、叙上の如く構成されているので、厚さの均一性が高く、光学的に歪みの極めて少ない透明フィルムを製造す

ることが可能となり、液晶表示素子等の視覚装置に使用される高品質の光学用透明フィルムを提供することができる。